

MICROESTRUTURA E PROPRIEDADE MECÂNICA DOS AÇOS INOXIDÁVEIS DUPLEX UNS S31803 E UNS S32304 APÓS LAMINAÇÃO A FRIO E RECOZIMENTO*

Karina Aparecida Martins Barcelos Gonçalves¹

Tarcísio Reis de Oliveira²

Cláudio Moreira de Alcântara³

Dagoberto Brandão Santos⁴

Resumo

A evolução da microestrutura e propriedades mecânicas de dois aços inoxidáveis duplex foram estudadas via microscopia óptica e de varredura, ensaios de dureza e tração. As amostras dos aços inoxidáveis duplex foram laminadas a frio com percentual de 18,50 e 62% para o aço S32304 e 21,52 e 64% para o aço S31803. As amostras com 62 e 64% de redução foram recozidas a uma temperatura de 1055°C com 20 s de encharque. Os resultados mostraram o efeito da deformação a frio na espessura das lamelas de ferrita e austenita, sendo este mais pronunciado na austenita. O aço inoxidável duplex S31803 apresentou maiores valores para o limite de escoamento e dureza devido ao maior percentual de molibdênio e nitrogênio, elementos que atuam como endurecedores por solução sólida.

Palavras-chave: Aço inoxidável duplex; Microestrutura; Laminação a frio; Recozimento.

MICROESTRUTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF DUPLEX STAINLESS STEELS UNS S31803 AND UNS S32304 AFTER COLD ROLLING AND ANNEALING

Abstract

The microstructural evolution and mechanical properties of two duplex stainless steel were studied by optical microscopy and scanning electron microscopy, hardness and tensile tests. Samples of duplex stainless steels were cold rolled with to 18,50 and 62% reduction for the S32304 steel, and 21,52 and 64% for the S31803 steel. Samples with 62 and 64% reduction were annealed at 1055°C with soaking time of 20 s. The results showed the effect of cold deformation through the thickness of layers of ferrite and austenite, being more pronounced in the austenite. The S31803 duplex stainless steel presented higher values for the yield strength and hardness due to the higher percentage of molybdenum and nitrogen, elements that act as hardeners in solid solution.

Keywords: Duplex stainless steel; Microstructure; Cold rolling; Annealing.

¹ *Engenheira de Materiais, MSc. no Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas da Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, MG, Brasil.*

² *Engenheiro Mecânico Industrial, Dr. Pesquisador, Aperam South America, Timóteo, MG, Brasil.*

³ *Tecnólogo em Normalização em Qualidade Industrial, Analista Técnico, Aperam South America, Timóteo, MG, Brasil..*

⁴ *Engenheiro Metalurgista, MSc., Dr., Professor Associado – Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, UFMG. Belo Horizonte, MG, Brasil.*

1 INTRODUÇÃO

Devido à combinação de alta resistência à corrosão, boa resistência mecânica e tenacidade, os aços inoxidáveis duplex têm sido utilizados nas indústrias química, petroquímica, nuclear e marítima [1].

As vantagens fornecidas ao AID (aço inoxidável duplex) quanto as suas propriedades mecânicas são em grande parte resultado da sua microestrutura bifásica, que é constituída de ferrita (δ) e austenita (γ). A morfologia e repartição de ambas as fases é um dos principais fatores para controlar o comportamento mecânico e suas propriedades finais. [3]

Os AID são caracterizados por possuir alto teor de elementos de liga, por exemplo, molibdênio e nitrogênio os quais permitem a ocorrência de mudanças significativas na sua microestrutura como consequência de tratamentos termomecânicos [2].

Durante a deformação plástica, o refinamento de grão promovido pela estrutura duplex (δ/γ) e os elementos de liga fornecem aos AID maior resistência mecânica comparada aos aços inoxidáveis ferríticos e austeníticos (AISI 430 e 304, respectivamente) [4]. No entanto, as duas fases presentes nos AID não apresentam o mesmo comportamento durante a deformação [3]. A fase ferrítica, com estrutura CCC, possui inúmeros sistemas de deslizamento e alta energia de falha de empilhamento, enquanto que a fase austenítica de estrutura CFC tem menos sistema de deslizamento e menor energia de falha de empilhamento [5].

A microestrutura de um metal sofre sucessivas mudanças durante a deformação plástica, por exemplo: os grãos tornam-se mais alongados, há um aumento da área de contornos, bem como deslocamentos são geradas formando subestrutura dentro dos grãos, podem ser observadas também, formação de bandas de deformação e cisalhamento [6]. Neste trabalho foram avaliadas a microestrutura e propriedades mecânicas dos aços inoxidáveis duplex nas amostras laminadas a quente e recozida (BQ), laminadas a frio (BFE) e recozidas (BFR).

2 MATERIAIS E MÉTODOS

Os aços inoxidáveis duplex UNS S32304 e UNS S31803 foram processados industrialmente e fornecidos pela empresa Aperam South América com espessura de 4,08 e 4,26 mm respectivamente na condição de laminada a quente e recozida (BQ). O detalhamento da composição química de cada AID está na tabela 1.

A principal diferença na composição química entre os AID é o teor de Mo. O aço inox duplex padrão S31803 possui em sua composição 2,628% de Mo, enquanto que o *lean* duplex S32304 possui 0,275%. Há também um menor teor de N, Mn e Ni no S32304.

Tabela 1: Composição química dos AID S32304 e S31803.

Aço	C(%)	Cr(%)	Ni(%)	Mo(%)	N(%)	Mn(%)	Cu(%)	Si(%)	S(%)	P(%)
UNS S32304	0,011	22,87	4,20	0,275	0,1193	1,45	0,453	0,2013	0,0004	0,0215
UNS S31803	0,0131	22,447	5,3101	2,628	0,1534	1,809	0,2412	0,3815	0,0005	0,0294

As amostras BQ dos AID S31803 e S32304 foram laminadas a frio em um laminador piloto. As amostras foram reduzidas em 6 passes até atingirem espessura final de

1,53 mm. A amostragem foi realizada após o primeiro, quarto e sexto passes com redução de: 18, 50 e 62% para o aço S32304 e 21, 52 e 64% para o aço S31803. O tratamento térmico de recozimento foi realizado nas amostras laminadas a frio e encruadas (BFE) com 62 e 64% de redução em um forno estacionário a uma temperatura de 1055°C com um tempo de encharque de 20 s e resfriadas bruscamente em água e gelo. A temperatura foi monitorada por meio de um termopar acoplado na região central da amostra. A caracterização microestrutural foi realizada via microscopia óptica na seção longitudinal em todas as amostras. As amostras foram cortadas, lixadas, embutidas (no sentido de laminação) e atacadas com o reativo de Behara.

Com o propósito de identificar a formação da fase martensítica foram analisadas no microscópio eletrônico de varredura (MEV), com filamento de tungstênio (W), marca FEI, modelo Inspect S50, imagens com aumento de 5.000 e 20.000 vezes feitas por elétrons secundários (detector ETD) e retroespalhados (detector BSDE). A preparação destas amostras foi via polimento eletrolítico com solução de 80 mL de água destilada, 550 mL de álcool etílico e 55 mL de ácido perclórico. O tempo de polimento foi de 12 s, fluxo da solução variou de 5 e 6, tensão de 30 e 60 V. A fonte CC para ataque eletrolítico utilizada foi da marca Struers.

Através das imagens obtidas via microscopia óptica e com o auxílio do software Axiovision 4.8 foram medidas as espessuras das lamelas das fases austenítica e ferrítica.

Com o propósito de quantificar o percentual de fases (δ/γ) presente nas amostras foi utilizado para a metalografia quantitativa o método de pontos que está de acordo com a norma ASTM E562. Para essa técnica foram utilizadas as amostras preparadas para a obtenção de imagens no microscópio óptico. De acordo com a norma, a grade utilizada foi de 24 pontos de forma circular sobreposta na imagem. A contagem de pontos foi realizada em 40 campos ao longo da espessura da amostra. O ensaio de dureza foi realizado nas amostras conforme a norma ASTM E384 em um durômetro universal Wolpert, modelo Testor 930. As medições foram executadas em 15 regiões diferentes de cada amostra e, posteriormente, calculadas a média aritmética dos resultados e o desvio padrão. Para o ensaio de tração foram preparados três corpos-de-prova de seção retangular com comprimento de 300 mm e largura 50 mm. As amostras foram ensaiadas em uma máquina INSTRON modelo 5583, equipada com célula de carga de 15 t e equipada com vídeo extensômetro infravermelho e software Bluehill.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Microestrutura do Aço Inoxidável Duplex S32304

A figura 1 apresenta as micrografias ópticas da região central do AID S32304 após deformação a frio (BFE) e recozimento (BFR). Pode-se observar uma estrutura lamelar formada por ferrita (mais escura) e austenita (mais clara). A figura 1a apresenta a condição inicial da bobina laminada a quente e recozida. Observa-se nesta microestrutura uma distribuição de fases homogênea de morfologia alongada ao longo da direção de laminação. Nas figuras 1b,c,d,e observa-se que os grãos estão alongados na direção de laminação [6]. Bandas de cisalhamento podem ser observadas na figura 1e que são classificadas como heterogeneidades de deformação. As bandas de cisalhamento formadas possuem um ângulo de aproximadamente 35° em relação à direção de laminação a frio [6]. A partir da

análise via microscopia óptica observou-se uma fase sobreposta a fase austenítica, indicado pela seta vermelha na figura 1b,c,d onde foi possível relatar o aumento da fração da mesma com o aumento da deformação a frio. Estudos realizados por Tavares *et al.* [7], concluiu ser a martensita induzida por deformação (α'). A martensita α' foi estudada no aço inoxidável duplex S32304 por meio do método de saturação magnética, os autores observaram que com o aumento da deformação a frio houve maior formação da martensita induzida por deformação ($\gamma \rightarrow \alpha'$). A amostra recozida, figura 1f, apresenta uma microestrutura de grãos recristalizados.

Tabela 2: Espessura das lamelas (δ e γ)

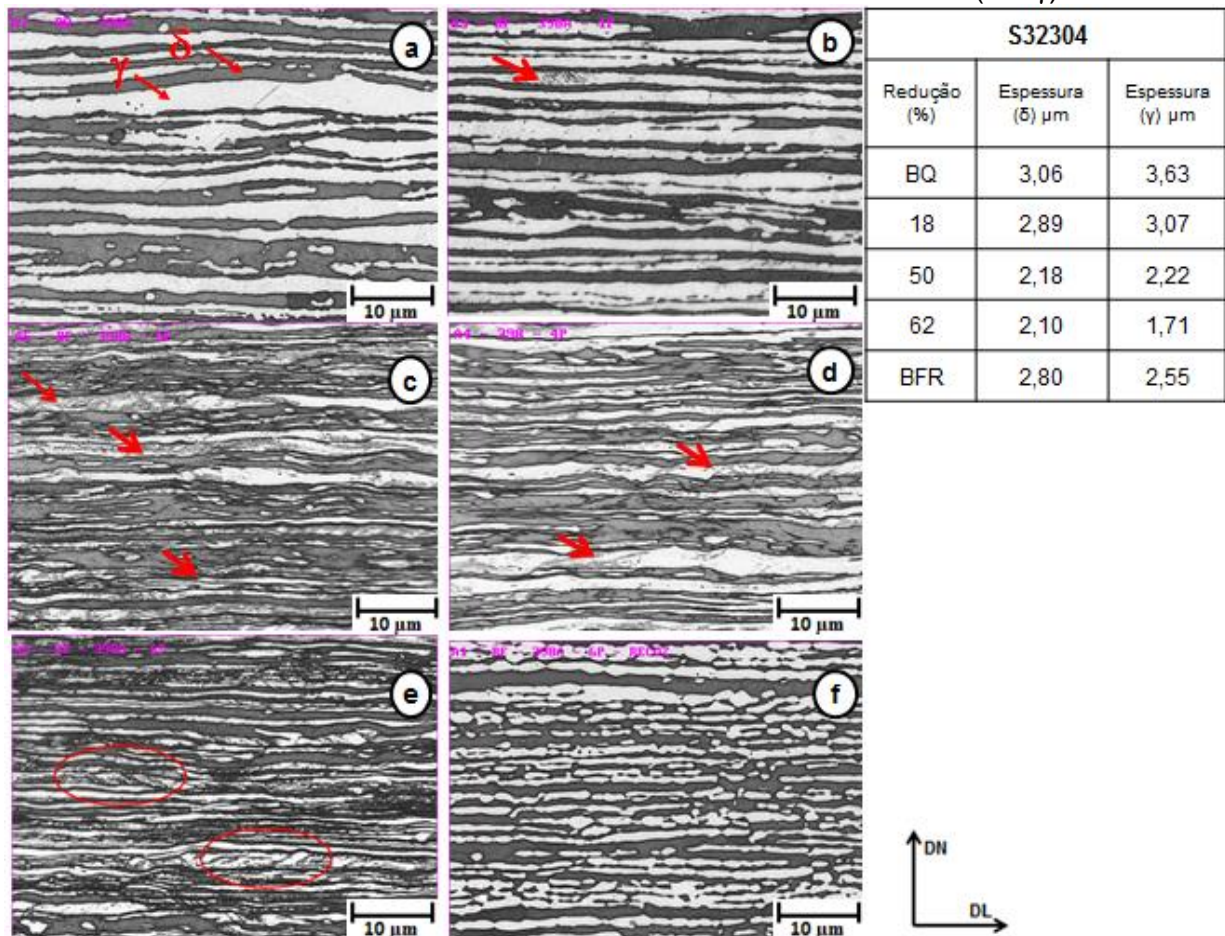


Figura 1: Micrografia das amostras do AID S32304: (a) BQ – bobina laminada a quente e recozida; (b) BFE após 18% de redução e morfologia característica da martensita induzida por deformação (α'); (c) BFE após 50% de redução; (d) BFE após 62% de redução (e) BFE após 64% de redução e bandas de cisalhamento; (f) Amostra recozida (BFR).

A tabela 2 apresenta os resultados da espessura das lamelas de ferrita e austenita. Observa-se que, após 18, 50 e 62% de redução a frio, as lamelas de ferrita e de austenita diminuíram ao longo de sua espessura. Nota-se que ocorre uma deformação similar em ambas às fases, somente na amostra com 62% observou uma espessura média menor na austenita. Mais detalhes serão informados na análise da micrografia do AID S31803.

3.1.1 Metalografia quantitativa do AID S32304

A figura 2 apresenta o percentual de fases para a amostra laminada a quente e recozida (BQ) deformadas a frio (BFE) e recozida (BFR) do AID S32304. Nota-se que o percentual de ferrita e austenita na amostra na condição de estado de fornecimento (BQ) uma distribuição equilibrada das fases austenítica e ferrítica, ou seja, 50/50% presente no AID S32304. Após a deformação a frio com redução de 18 e 50% há uma pequena diferença, porém dentro da margem de erro calculada. No entanto após 62% de deformação a frio o percentual de ferrita aumentou com relação à austenita. Outro fator importante é a transformação da martensita induzida por deformação (α') que ocorre nas amostras à medida que o percentual de deformação a frio aumenta.

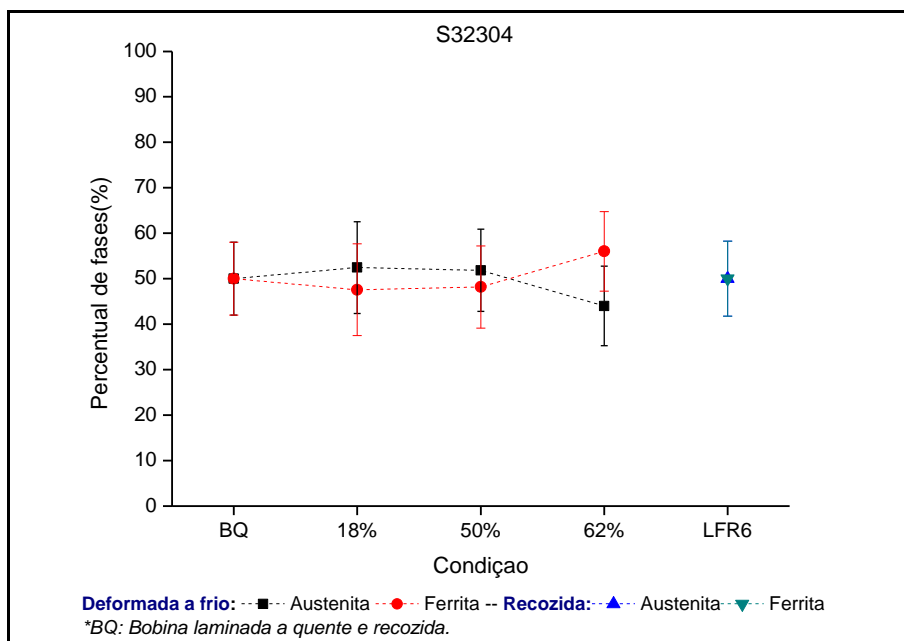


Figura 2: Percentual de fases do AID S32304.

Durante a contagem de pontos a fase martensítica sobreposta à austenita dificultou a identificação da fase austenítica. O que pode explicar esta variação do percentual de fases. Após tratamento térmico de recozimento observa-se que o percentual das fases presentes torna-se equilibrada com distribuição homogênea das fases ferrítica e austenítica.

3.2 Microestrutura do Aço Inoxidável Duplex S31803

A figura 3 apresenta as micrografias da região central do AID S31803 após deformação a frio e recozimento. Observa-se na amostra, após a etapa de laminação a quente e recozimento, uma distribuição de fases austenítica (camada clara) e ferrítica (camada escura) de morfologia alongada ao longo da direção de laminação.

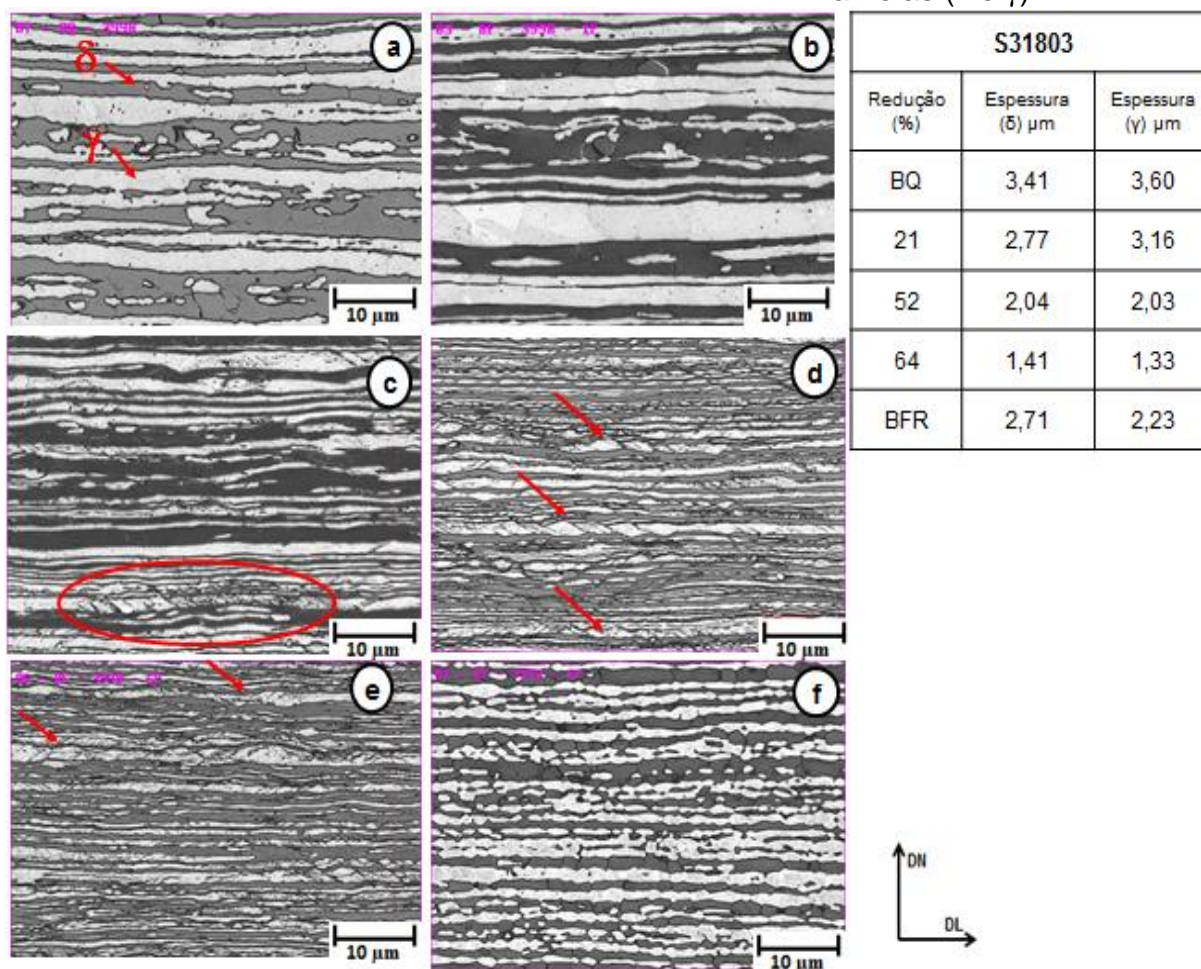
Tabela 3: Espessura das lamelas (δ e γ)

Figura 3: Micrografia das amostras do AID S31803: (a) BQ – bobina laminada a quente e recozida; (b) BFE após 21% de redução; (c) BFE após 52% de redução; (d) BFE após 64% de redução e bandas de cisalhamento; (e) BFE após 64% de redução e morfologia característica da martensita induzida por deformação (α'); (f) Amostra recozida (BFR).

O comportamento do AID S31803 foi similar ao do S32304 no que diz respeito a microestrutura após deformação a frio e suas heterogeneidades. Notou-se nas amostras com 52% e 64% de deformação a frio, conforme figura 3c,d, a formação de bandas de cisalhamento.

Assim como no AID S32304 e S31803 observou-se uma espessura média menor na austenita após 62 e 64% de redução a frio.

Uma hipótese seria pelo processo de fragmentação da austenita causada pelas bandas de cisalhamento. De acordo com a literatura [6], as bandas de cisalhamento são regiões que sofreram acentuado escorregamento localizado durante a deformação plástica não seguindo critério cristalográfico definido. O mecanismo desta fragmentação está esquematizado na figura 4.

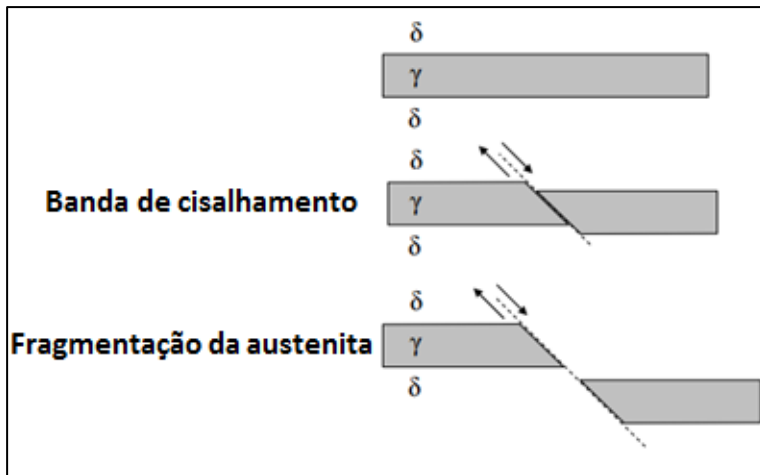


Figura 4: Mecanismo de deformação levando a fragmentação da austenita.

Durante as análises das micrografias do AID S31803 foi observado ao longo de toda a espessura, uma fase sobreposta à fase austenítica no AID S31803 podendo ser martensita induzida por deformação (α'), identificado na figura 3d,e. Após polimento eletrolítico na amostra com 64% de redução, as imagens com aumento de 5.000 e 20.000 vezes foram feitas por elétrons secundários (detector ETD). A figura 5 e 6 apresentam as imagens adquiridas via microscopia eletrônica de varredura (MEV).

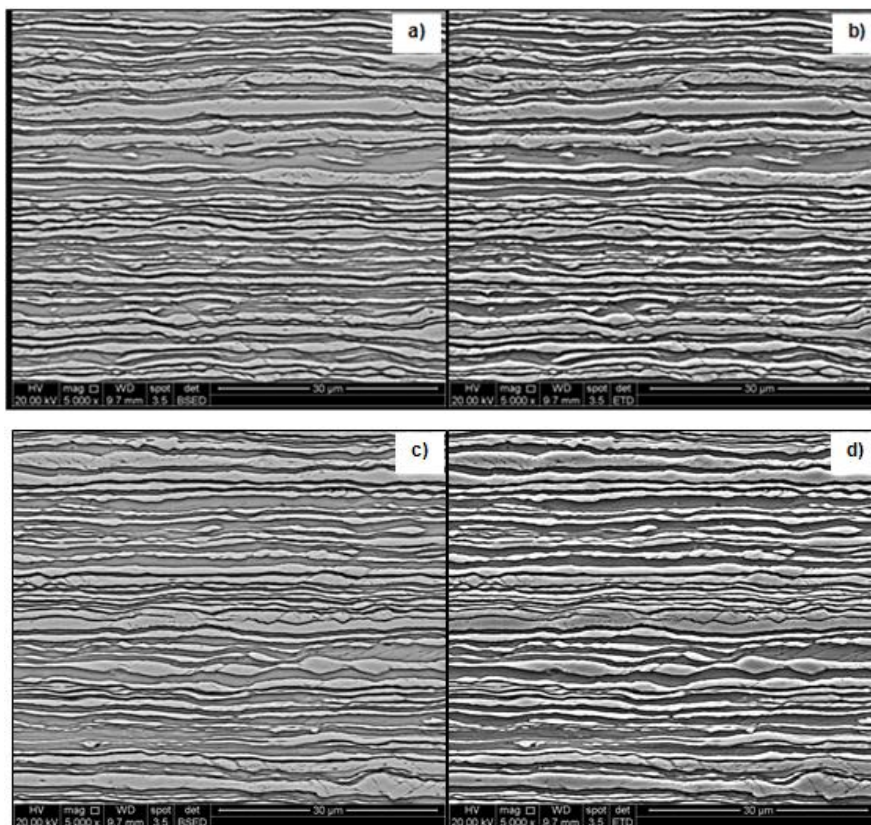


Figura 5: Imagens obtidas no MEV do AID S31803 após 64% de deformação a frio com aumento de 5.000 vezes: (a) borda BSDE; (b) borda ETD; (c) centro BSDE; (d) centro ETD.

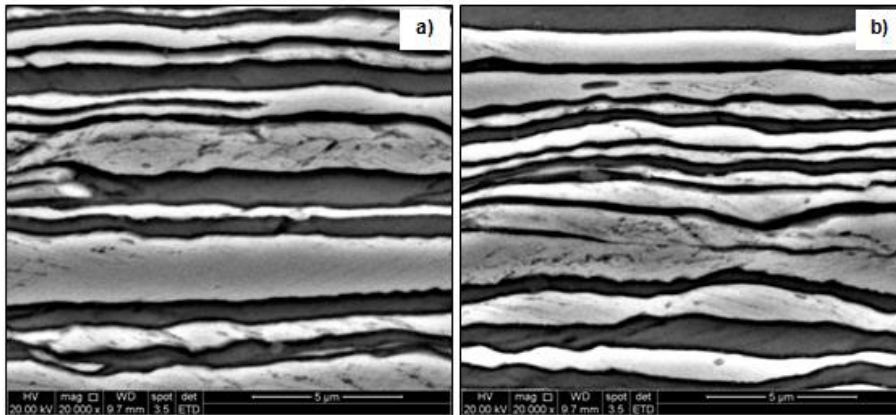


Figura 6: Imagens obtidas no MEV com aumento de 20.000 vezes do AID S31803 após 64% de deformação a frio: (a) borda ETD; (b) centro ETD.

Foi observado que após ataque eletrolítico, a fase sobreposta à fase austenítica desaparece, chegando-se à conclusão que esta martensita foi induzida por deformação no lixamento durante a preparação metalográfica.

3.2.1 Metalografia quantitativa do AID S31803

A figura 7 apresenta o percentual de fases para a amostra laminada a quente e recozida (BQ) deformadas a frio e recozidas do AID S31803. Observa-se que após 21% de redução a frio os valores mantiveram-se sem alteração. No entanto com o aumento da deformação a frio, a ferrita apresentou percentuais maiores que a austenita. No AID S31803 não foi observado martensita induzida por deformação, porém notou-se que após 52% e 64% de redução a frio, devido às espessuras das lamelas de ambas as fases se tornarem mais finas notou-se durante a contagem de pontos uma determinada dificuldade de identificação austenita.

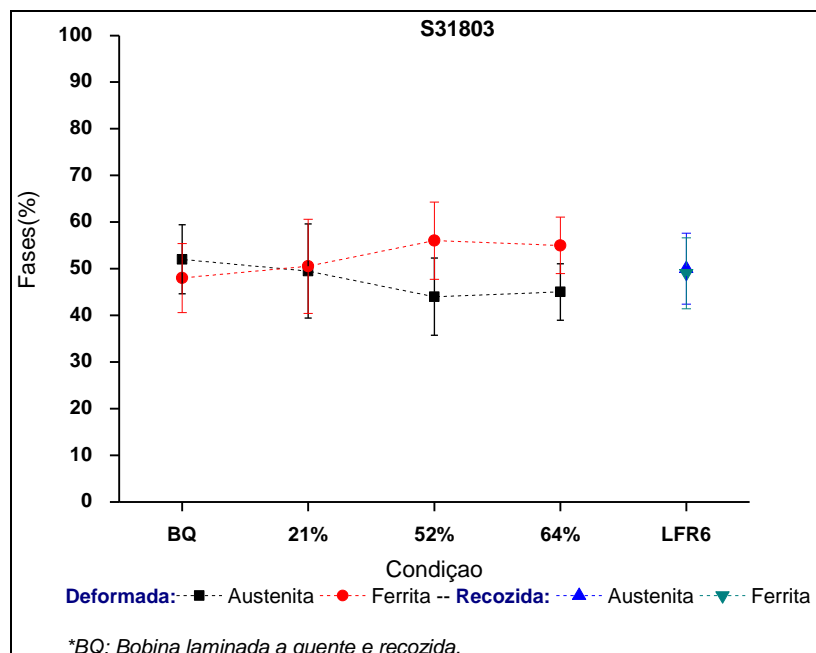


Figura 7: Percentual de fases do AID S31803.

Nota-se que, nas amostras após tratamento térmico de recozimento há uma restauração da condição inicial, ou seja, sem deformação a frio. Com o aumento da

temperatura, o trabalho a frio torna-se cada vez mais instável, eventualmente o material se recupera e reverte-se para uma condição livre de deformação.

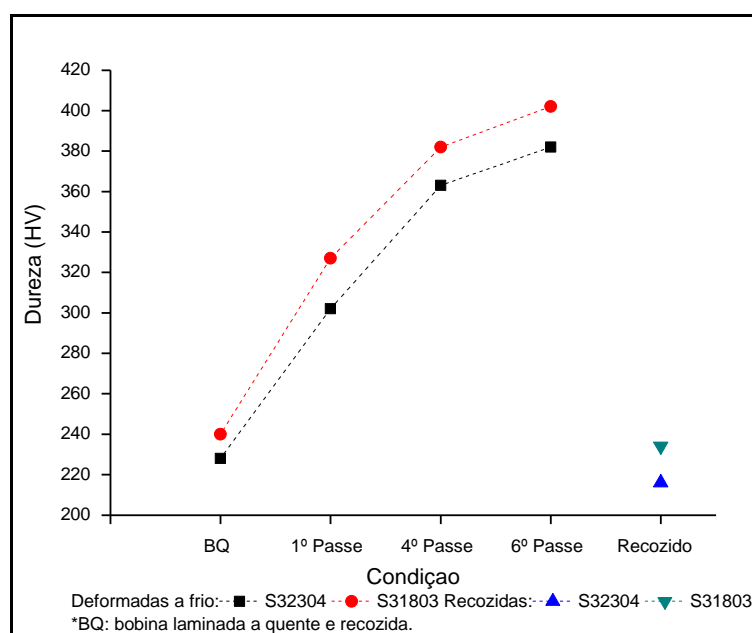
3.3 Propriedades mecânicas

O efeito da deformação plástica e recozimento nas propriedades mecânicas foram estudados por meio de dureza, limite de escoamento e alongamento total.

3.3.1 Ensaio de dureza

A figura 8 apresenta a dureza Vickers das amostras laminada a quente e recozida (BQ), laminadas a frio encruadas (BFE) e recozidas (BFR) dos aços inoxidáveis duplex S32304 e S31803. O aço S31803 apresentou maior dureza em relação ao S32304 em todas as condições analisadas.

O AID S31803 apresentou uma maior dureza, o que já era esperado devido ao efeito endurecedor por solução sólida dos elementos como o Mo (elemento endurecedor da ferrita e da austenita) e N (elemento endurecedor da austenita) presentes em quantidade maior em relação ao aço S32304. Viana [9] relatou resultados similares durante o ensaio de dureza. Segundo o autor [9], o aço S31803 teve uma dureza maior em relação ao S32304 devido ao efeito de endurecimento por solução sólida do Mo. Como esperado, outro efeito observado nos AID S32304 e S31803 é que à medida que se aumenta o percentual de deformação, a dureza do material aumenta. Após recozimento observa-se que os valores de dureza dos AID S31803 e S32304 diminuíram de 402 e 382 HV para 234 e 216 HV, respectivamente. Comportamento similar nas amostras após deformação a frio e recozimento foi observado por Reick e seus colaboradores [10]. Os autores observaram em seus experimentos em um aço inoxidável duplex a diferença de dureza entre um AID deformado a frio (20%) e recozido, onde os valores obtidos foram 352 e 248 HV. Nota-se que após tratamento térmico de recozimento os valores HV para as amostras recozidas também foram reduzidos.



Condição	S31803	S32304
1º Passe	21%	18%
4º Passe	50%	52%
6º Passe	62%	64%

Figura 8: Dureza Vickers dos AID S32304 e S31803 após deformação a frio (BFE) e tratamento térmico de recozimento (BFR).

3.3.2 Ensaio de tração

A figura 9 apresenta o limite de escoamento das amostras laminadas a quente e recozida BQ, BFE e BFR dos AID S32304 e S31803.

Observa-se que o limite de escoamento aumentou com o aumento do percentual de deformação a frio. A partir de informações citadas por Dieter [11], o encruamento ou trabalho a frio é um processo usado para endurecer ligas ou metais através da interação das discordâncias com outras discordâncias e com outras barreiras, o que impede o seu movimento através da rede. O número de discordâncias aumenta durante a deformação plástica, sendo que estas interações provocam um estado de elevadas tensões internas. O maior valor do limite de escoamento foi obtido nas amostras retiradas do sexto passe, ou seja, com maior percentual de deformação a frio. Os valores obtidos foram 1242 e 1275 MPa para os aços inoxidáveis duplex S32304 e S31803, respectivamente. Após recozimento, o limite de escoamento obtido foi de 512 e 589 MPa para os AID S32304 e S31803, respectivamente. Comparando os resultados atuais aos de Viana [9], observou-se comportamento similar nas amostras tratadas termicamente.

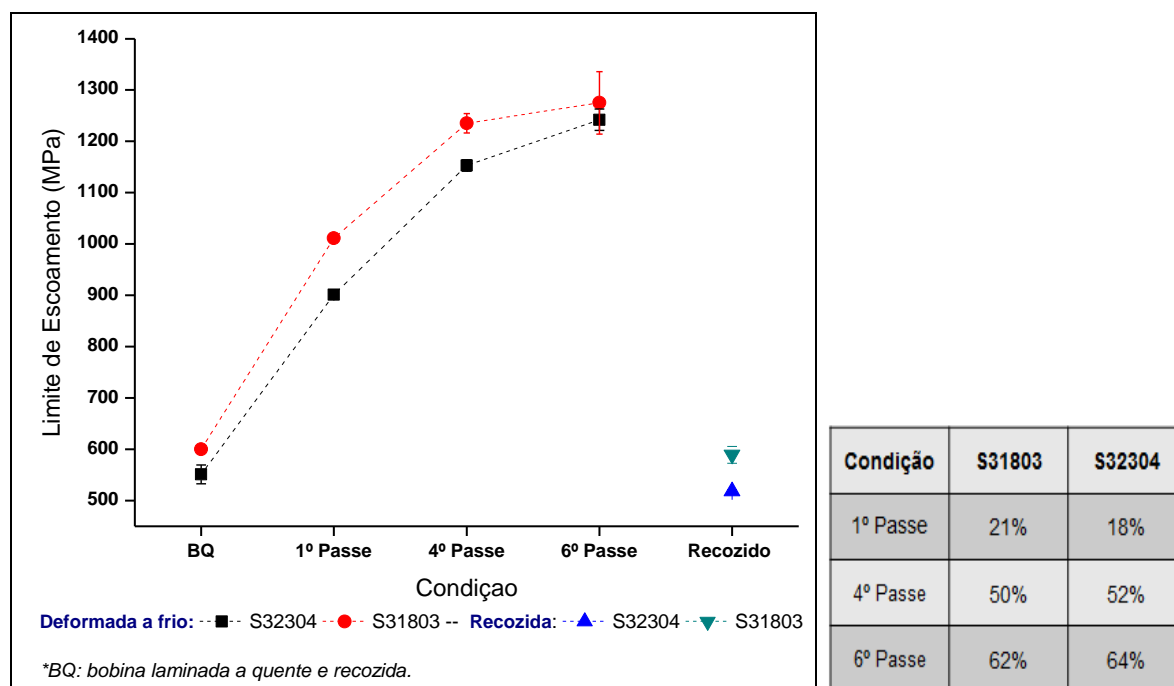


Figura 9: Limite de escoamento dos AID S32304 e S31803 após deformação a frio (BFE) e tratamento térmico de recozimento (BFR).

A figura 10 apresenta os resultados do alongamento total após deformação a frio e recozimento para ambos os aços. É possível observar que o alongamento total apresentou uma tendência de redução com o aumento da deformação a frio. Após tratamento térmico de recozimento, o valor do alongamento total foi de 33,9% para o AID S32304 e 31,5% para o S31803. Verificou-se que os resultados deste trabalho apresentaram concordância com os resultados citados por Viana [9].

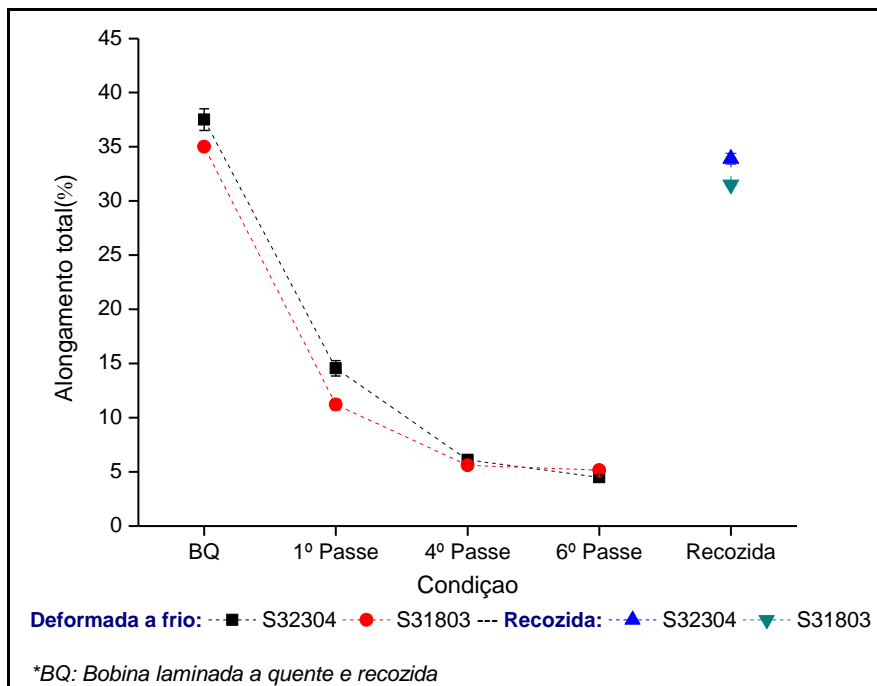


Figura 10: Alongamento total dos AID S32304 e S31803 após deformação a frio (BFE) e tratamento térmico de recozimento (BFR).

4 CONCLUSÕES

- O AID S31803 apresentou maiores valores de propriedades mecânicas (LE, LR, dureza) em relação ao S32304, devido a maior quantidade de Mo e N presentes, que atuam como endurecedores por solução sólida.
- O processo de laminação a frio reduz a espessura das lamelas dos aços inoxidáveis duplex, tanto na fase austenítica quanto na fase ferrítica. Esta redução na espessura é mais pronunciada na austenita. Bandas de cisalhamento aparecem de forma mais acentuada na austenita fazendo com que diminua a espessura média das lamelas de austenita pelo mecanismo de fragmentação durante a deformação plástica.
- Artefatos podem aparecer na análise metalográfica dos aços inoxidáveis duplex, como o aparecimento de martensita induzida por deformação do polimento.

Agradecimentos

Os autores agradecem a APERAM South América, CAPES-PROEX-CNPQ-FAPEMIG pelo apoio financeiro.

REFERÊNCIAS

- 1 Sudipta P, Supriya B, Swarup KG. Influence of cold rolling on microstructural evolution in 2205 duplex stainless steel. *Steel Research International*. 2014; 85(5): 776-783.
- 2 Paola B, Marco B, Katya B, Istvan M, Francesca P, Michela Z, Irene C. Characterization of a cold-rolled 2101 lean duplex stainless steel. *Microscopy and Microanalysis*. 2013; 19: 988-995.
- 3 S. Wronski, J. Tarasiusk, B. Bacroix, A. Baczanski, C. Braham. Investigation of plastic deformation heterogeneities in duplex steel by EBSD. *Materials Characterization*. 2012; 73: 52-60.

- 4 Tavares SSM, Tavares MR da Silva, Pardal JM, Abreu HFG, Gomes AM. Microstructural changes produced by plastic deformation in the UNS S31803 duplex stainless steel. *Journal of Materials Processing Technology*. 2006; 180: 318-322.
- 5 Wolfgang R, Michael P, Angelo FP. Recrystallization-transformation combined reactions during annealing of a cold rolled ferritic-austenitic duplex stainless steel. *ISIJ International*. 1998; 38: 567-571.
- 6 Sandim HRZ. Textura e relações de orientação. Workshop sobre textura e relações de orientação: deformação plástica, recristalização, crescimento de grão. Ed. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo: São Paulo; p.11-22,2001.
- 7 Tavares SSM, Pardal, JM, Silva MR, Oliveira CAS. Martensite transformation induced by cold deformation of lean duplex stainless steel UNS S32304. *Materials Research*. 2014; 17 (2): 381-385.
- 8 GAUSS C. Evolução microestrutural do aço inoxidável duplex UNS S32205 durante laminação a frio e posterior recozimento. Lorena: Universidade de São Paulo, 2015. 167p. Dissertação de Mestrado.
- 9 Viana AKN. Influência do molibdênio nas propriedades mecânicas e de corrosão dos aços inoxidáveis duplex UNS S31803 e UNS S32304. Rio de Janeiro: Universidade Federal do Rio de Janeiro COPPE, 2014. 130 p. Dissertação de Mestrado.
- 10 Reick W, Pohl M, Padilha AF. Recrystallization-transformation combined reactions during annealing of a cold rolled ferritic-austenitic duplex stainless steel. *ISIJ International*. 1998; 11(38): 567-571.
- 11 DIETER, G. E. *Mechanical Metallurgy*. London, p. 751, 1986.